

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-107225

(43)Date of publication of application : 17.04.2001

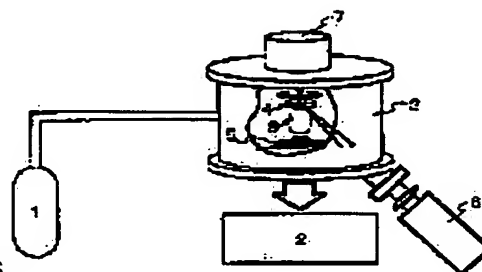
(51)Int.Cl. C23C 14/28  
B81C 1/00  
B81C 3/00  
// B23K 26/12

(21)Application number : 11-281239 (71)Applicant : JAPAN SCIENCE &amp; TECHNOLOGY CORP

(22)Date of filing : 01.10.1999 (72)Inventor : OKADA TATSUO  
MAEDA MITSUO**(54) HIGH SPEED ROTARY TARGET TYPE LASER ABRASION THIN FILM AND NANOFINE PARTICLE PRODUCING METHOD AND DEVICE****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a technique capable of obtaining a uniform thin film and nanofine particles of high quality free from the deposition of droplets at the time of producing a thin film and nanofine particles by utilizing laser abrasion.

**SOLUTION:** In a laser abrasion method in which a rotary target is irradiated with laser light in atmospheric gas, and the vaporized product is collected and deposited on a substrate, by rotating the solid target at a high speed, droplets are released in the rotating tangential direction of the target. This method is executed by using a device in which the solid target is connected to a high speed rotating mechanism.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-107225

(P2001-107225A)

(43) 公開日 平成13年4月17日 (2001. 4. 17)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	キーワード* (参考)
C 2 3 C 14/28		C 2 3 C 14/28	4 E 0 6 8
B 8 1 C 1/00		B 8 1 C 1/00	4 K 0 2 9
3/00		3/00	
// B 2 3 K 26/12		B 2 3 K 26/12	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-281239

(22) 出願日 平成11年10月1日 (1999. 10. 1)

(71) 出願人 398020800

科学技術振興事業団

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

(72) 発明者 岡田 龍雄

福岡県福岡市東区箱崎6-10-1 九州大  
学大学院システム情報科学研究科内

(72) 発明者 前田 三男

福岡県福岡市東区箱崎6-10-1 九州大  
学大学院システム情報科学研究科内

(74) 代理人 100087675

弁理士 筒井 知

Fターム(参考) 4E068 AH03 CJ00 CJ09

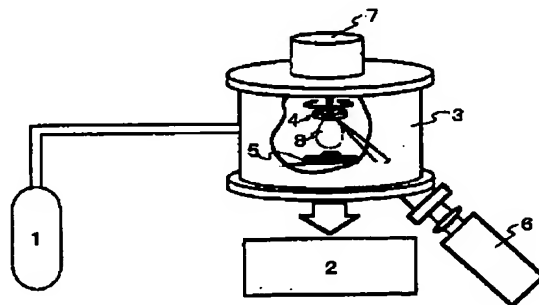
4K029 CA15 DC45

(54) 【発明の名称】 高速回転ターゲット式レーザーアブレーション薄膜およびナノ微粒子作製方法および装置

## (57) 【要約】

【課題】 レーザーアブレーションを利用して薄膜やナノ微粒子を作製するに当たり、ドロプレットの堆積がなく均一且つ高品質の薄膜やナノ微粒子が得られる技術を提供する。

【解決手段】 雰囲気ガス中で回転ターゲットにレーザー光を照射して気化した気化物を基板上に捕集・堆積させることから成るレーザーアブレーション法において、固体ターゲットを高速回転させることにより該ターゲットの回転接線方向にドロプレットを放出させる。固体ターゲットが高速回転機構に連結された装置を使用することにより実施される。



**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 雰囲気ガス中で固体ターゲットにレーザー光を照射して気化した気化物を基板上に捕集・堆積させることから成るレーザーアブレーション薄膜およびナノ微粒子作製方法であって、前記固体ターゲットを高速回転させることにより該ターゲットの回転接線方向にドロプレットを放出させることを特徴とする方法。

【請求項2】 圧力50mTorr以上の雰囲気ガス中で、固体ターゲットを5000回転/分以上の速度で回転させて薄膜を作製することを特徴とする請求項1の方法。

【請求項3】 圧力500mTorr以上の雰囲気ガス中で、固体ターゲットを1000回転/分以上の速度で回転させてナノ微粒子を作製することを特徴とする請求項1の方法。

【請求項4】 雰囲気ガス供給手段と排気手段が連結された真空容器内に、固体ターゲットと該ターゲットに対向して基板が配置され、固体ターゲットに集光照射するようにしたレーザーを備えるレーザーアブレーション薄膜およびナノ微粒子作製装置であって、前記固体ターゲットが高速回転機構に連結されて高速回転し得るようになっていてことを特徴とする装置。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、レーザーアブレーションを利用した有機や無機の薄膜やナノ微粒子などを作製する方法および該方法に使用する装置に関する。

**【0002】**

【従来の技術とその課題】雰囲気ガス中でのレーザーアブレーション法は薄膜作製やナノ微粒子作製に広く利用されている。このレーザーアブレーション法は、雰囲気ガス中に置かれた固体のターゲットに強力なレーザー光を照射して固体構成物を一気に気化し、固体ターゲットからの気化物を適当に配置した基板上に捕集・堆積して薄膜やナノ微粒子、ナノチューブ、ナノワイヤ（本明細書中では、ナノ微粒子、ナノチューブ、ナノワイヤをまとめてナノ微粒子という）の作製を行なっている。

【0003】このレーザーアブレーション法の技術課題としては、(i) アブレーションに伴ってターゲットからドロプレットとよばれるマイクロメートルサイズの微粒子が放出され、これが膜中にも堆積して膜質を劣化させること、(ii) レーザー光を集光した箇所より局所的に原子・分子などの放出が起こるため、堆積した膜の膜質・膜厚が基板内で場所により不均一になるといった欠点が挙げられる。

【0004】従来より、同一箇所にレーザーが照射されるとターゲット表面が荒れてドロプレットが出易くなることが知られており、これを防ぐためターゲットを10回転/分程度でゆっくり回転させたり、レーザー照射位置を移動させる等の手段が広く利用されているが、そ

の効果は十分でない。そこでさらにドロプレットの堆積を低減するため、ターゲットと基板の間に遮蔽版を置いて、遮蔽版の蔭で膜を堆積させてドロプレットを低減する方法が提案されているが、堆積速度が遅くなる欠点がある。また、ドロプレットをガスで吹き飛ばす方法も提案されているが、ガスの噴出により基板の温度が変化して膜質が劣化する欠点がある。

【0005】一方、基板面内で膜質・膜厚の均一化を計るため基板をターゲットに対して成膜中に移動したり、ターゲット上でのレーザー照射位置を移動することが試みられている。しかし、特別な駆動装置を必要とする上、ドロプレットの低減に対しては何ら効果はない。

【0006】本発明の目的は、レーザーアブレーションを利用して薄膜やナノ微粒子を作製するに当たり、ドロプレットの堆積がなく均一且つ高品質の薄膜やナノ微粒子が得られるような新しい技術を提供することにある。

**【0007】**

【課題を解決するための手段】本発明者は、レーザーアブレーションによってターゲットから放出される粒子の挙動について詳細な検討を行った。その結果、薄膜作製やナノ微粒子の作製に寄与する原子・分子などの気化物とドロプレットでは、放出速度が大きく異なることを見出した。さらに、ターゲットを回転すると、雰囲気ガスがターゲットの回転に引きずられて移動し、ターゲットと基板の間に高速回転気流が生じることを見出した。

【0008】すなわち、ターゲットを高速に回転することにより、速度が遅く質量の大きなドロプレットを雰囲気ガスの影響を受けずに遠心力によりターゲットの回転接線方向に放出させることができ、したがって、基板をターゲット垂直方向に配置することで基板に堆積するドロプレットを除去することができる。また、ターゲットの高速回転で生じた回転気流と放出された原子・分子との相互作用により原子・分子の空間分布を均一化し、薄膜やナノ微粒子の生成を空間的に均一化することができる。本発明は、以上の知見により、レーザーアブレーション法の技術課題を解決して導き出されたものである。

【0009】かくして、本発明に従えば、雰囲気ガス中で固体ターゲットにレーザー光を照射して気化した気化物を基板上に捕集・堆積させることから成るレーザーアブレーション薄膜およびナノ微粒子作製方法であって、前記固体ターゲットを高速回転させることにより該ターゲットの回転接線方向にドロプレットを放出させることを特徴とする方法が提供される。

【0010】さらに、本発明は、そのような方法に使用される装置、すなわち、雰囲気ガス供給手段と排気手段が連結された真空容器内に、固体ターゲットと該ターゲットに対向して基板が配置され、固体ターゲットに集光照射するようにしたレーザーを備えるレーザーアブレーション薄膜およびナノ微粒子作製装置であって、前記固

体ターゲットが高速回転機構に連結されて高速回転し得るようになっていることを特徴とする装置も提供する。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明の詳細を説明する。ターゲットとレーザー照射の関係を図1に示す。今ターゲットが中心Oを軸に角速度 $\omega$ で回転している。このとき、レーザー光をO点より距離 $r$ の位置点Pに集光する。ここで、点Pでアブレーションが起こり、ドロプレットや膜の堆積に有用な原子や分子などの粒子が放出される。ターゲット垂直方向の粒子の放出速度を $v$ とすると、P点から放出された粒子は、図1のようにターゲットの回転速度のために、垂直方向から $q$ だけ放出方向が偏向する。この偏向角 $q$ は、ターゲットの回転速度が大きく、放出速度 $v$ が小さいほど大きくなる。本発明者らによるこれまでの研究から、原子・分子に比べドロプレットの放出速度は遅いことが知られており、この速度差を利用するとドロプレットの放出角と原子・分子の放出角を分離することができる。

【0012】一方、ターゲットの高速回転に伴ってターゲット近傍には高速回転気流が生成される。質量の重いドロプレットは気流の影響を受けずに直線飛行するのに対して、質量の軽い原子・分子は気流による攪拌にターゲット回転方向に沿って空間分布が均一化される。

【0013】図2は、本発明に従いレーザーアブレーションを利用して薄膜やナノ微粒子を作製する装置の典型例を示す。この装置は、雰囲気ガス供給手段（例えば、ガスポンプ）1と排気手段（例えば、ロータリー・ターボポンプ）2が連結された真空容器3に、固体ターゲット4と固体ターゲット4に対向して基板5が配置され、固体ターゲットにレーザー光が集光照射されるようにレーザー6が備えられている。基板5は適当な加熱機構（例えば、赤外線ヒーター）により必要に応じて加熱する。

【0014】ここで、本発明のレーザーアブレーション薄膜およびナノ微粒子作製装置の特徴は、固体ターゲット4が、真空容器内または外部に設置した高速回転機構、例えば、図2に示すように高速回転モーター7に連結されて高速回転、すなわち、一般的には500回転/分（rpm）以上、好ましくは1000回転/分以上の回転速度で回転し得るようになっていることである。

【0015】かくして、ターゲット4を高速回転しながら回転中心よりずれた位置にレーザー光を集光照射すると、ブルーム8と呼ばれる柱状の原子・分子粒子群が放出されて基板5上に捕集・堆積される。このとき、本発明に従う高速回転ターゲット式レーザーアブレーションによれば、後記の実施例からも理解されるように、ドロプレットはターゲットの回転接線方向に偏向して放出され基板への堆積が激減し、また、目的とする原子・分子のブルーム（空間的分布）は拡がり均一化するという利点がある。

【0016】本発明に従えば、作製しようとする目的の薄膜やナノ微粒子に応じて、適当な雰囲気ガスを供給しながら、ターゲット（固体ターゲット）の回転速度を選択してレーザーアブレーション処理を行うことにより、ドロプレットの堆積が無く均質な薄膜やナノ微粒子を得ることができ、さらにこれらを組み合わせてナノ構造物質を分散させた薄膜を作製することもできる。特に好ましい態様としては、薄膜を作製する場合には圧力50mTorr以上の雰囲気ガス中で固体ターゲットを少なくとも5000回転/分、例えば8000回転/分で高速回転させながらレーザーアブレーションを行う。また、ナノ微粒子を作製する場合には、圧力500mTorr以上の雰囲気ガス中で固体ターゲットを1000回転/分以上の速度で高速回転させながらレーザーアブレーションを行うのが好ましい。

【0017】

【実施例】以下、本発明の特徴をさらに明らかにするために実施例を示すが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例1

高温超伝導体 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ のレーザーアブレーションによる薄膜作製に於いて、ターゲットを回転した時と、しない時のドロプレット放出の様子をCCD装置を用いて観察した結果を図3に示す。図3（a）はターゲットを静止させている場合、同図（b）はターゲットを5000回転/分で回転させている場合である。図から分るように、ターゲットが静止している場合は、ターゲット垂直方向にドロプレットが放出されているのに対し、5000回転/分で回転した場合、放出方向が偏向しているのが分る。従って、ターゲットに対向して置いた基板ではドロプレットが減少する。

【0018】実施例2

レーザーアブレーションによるTiドープサファイアの薄膜作製に於いて、ターゲットを静止して薄膜を作製した場合および、8000回転/分で回転して作製した場合の薄膜表面の走査型電子顕微鏡写真を図4（a）および（b）に示す。図中、白い点で示されるのがドロプレットの微粒子である。本発明に従いターゲットを高速回転させることにより、（b）薄膜に堆積するドロプレットがきわめて減少しているのが分る。

【0019】実施例3

レーザーアブレーションによるSiナノ微粒子の作製に於いて、ターゲットを1000回転/分で回転した場合と静止した場合の生成微粒子の空間分布（ブルーム）を図5（a）（b）に示す。ターゲットを静止した場合（a）には、ナノ微粒子は空間的に限られた場所に作られているが、ターゲットを回転した場合（b）には気流の回転によって空間的分布が拡がっている。これからターゲットの回転が、気化生成する微粒子の空間的な均一化に有効であり、均質なナノ微粒子を作製できることが

分る。

# 【0020】

【発明の効果】以上述べたように、本発明に従えば、レーザーアブレーションによる薄膜作製やナノ微粒子の作製においてターゲットを高速回転させることにより、ドロブレットの堆積がなく品質に優れ均一な薄膜やナノ微粒子を得ることができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】ターゲット回転とレーザー照射の位置の関係を模式的に示す。

【図2】本発明に従う高速回転ターゲット式レーザーアブレーション装置の典型例の構成を示す。

【図3】本発明に従いターゲットを高速回転させた場合のドロブレットの空間分離の状態をターゲット静止の場合と比較して示す側面図である。

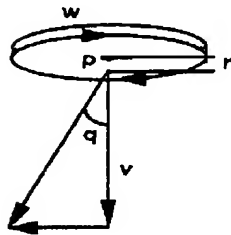
【図4】ターゲット静止および本発明に従いターゲットを高速回転させて作製した薄膜の走査型顕微鏡写真である。

【図5】ターゲット静止および本発明に従いターゲットを高速回転させた場合の生成微粒子の空間分布を示す。

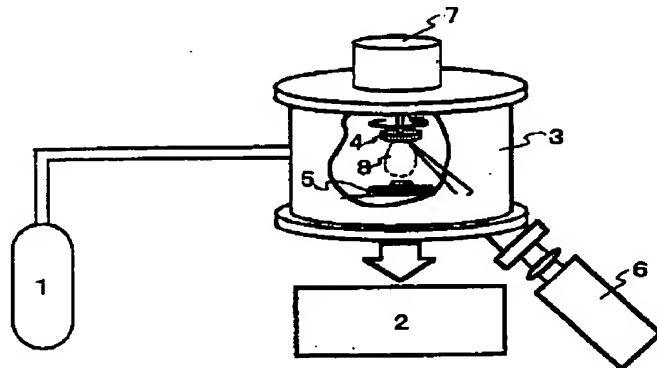
## 【符号の説明】

- 1 雰囲気ガス供給手段
- 2 排気手段
- 3 真空容器
- 4 ターゲット
- 5 基板
- 6 レーザー
- 7 高速回転機構
- 8 アブレーションルーム

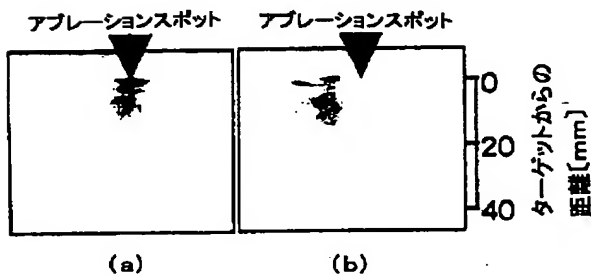
【図1】



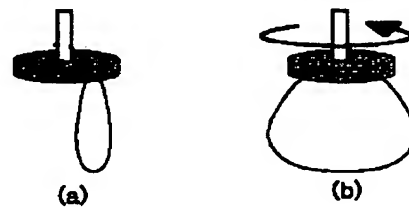
【図2】



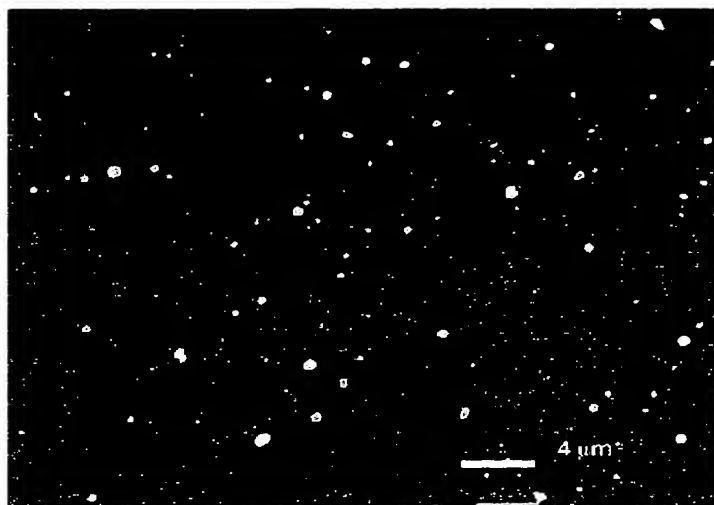
【図3】



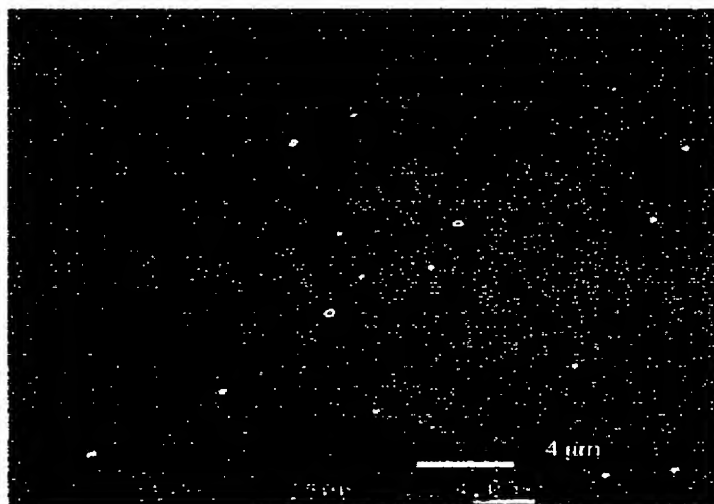
【図5】



【図4】



(a) 0 rpm



(b) 8000 rpm